

## FLAKY FINE POWDER AND COSMETIC

Patent number: JP9132514  
Publication date: 1997-05-20  
Inventor: TANAKA HIROKAZU; ENOMOTO NAOYUKI; MIYAZAKI TAKUMI;  
KINOSHITA TAKARA  
Applicant: CATALYSTS & CHEM IND CO LTD  
Classification:  
- international: A61K7/02; C09C1/40; C09C3/06  
- european:  
Application number: JP19950317558 19951110  
Priority number(s):

## Abstract of JP9132514

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a flaky fine powder which is prepared by subjecting a flaky substrate such as mica to a special treatment on its surface and shows good feeling and facilitate uniform dispersion, when it is formulated to cosmetics or the like.  
SOLUTION: Fine particles of an inorganic compound having functions such as ultraviolet screening, deodorization, coloration, infrared screening, moisture absorption, oil absorption or the like are supported on the surface of the flaky substrate so that its dynamic friction coefficient may become  $\leq 1.0$ . The fine particles of inorganic compound is one, or two or more selected from among  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{ZrO}_2$  and inorganic pigments. The flaky substrate is, for example, white mica, black mica, sericite, talc, platelet silica, platelet titania or flaky glass. The substrate is preferably  $\leq 1\mu\text{m}$  thick. The amount of this inorganic fine powder on the flaky substrate is about 1-70wt. % in case of spherical fine particles, while about 5-40wt. % in the case of other than sphere. This fine-particle powder is formulated to a cosmetic in an amount of about 1-80wt. %.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-132514

(43) 公開日 平成9年(1997)5月20日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/02			A 6 1 K 7/02	P T
C 0 9 C 1/40 3/06	P B B P B T		C 0 9 C 1/40 3/06	P B B P B T

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-317558

(22) 出願日 平成7年(1995)11月10日

(71) 出願人 000190024

触媒化成工業株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番2号

(72) 発明者 田中 博和

福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒  
化成工業株式会社若松工場内

(72) 発明者 榎本 直幸

福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒  
化成工業株式会社若松工場内

(72) 発明者 宮崎 巧

福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒  
化成工業株式会社若松工場内

(74) 代理人 弁理士 石田 政久

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 薄片状微粉末および化粧料

(57) 【要約】

【課題】 化粧料などに配合した場合に良好な感触を示す。

【解決手段】 薄片状微粉末の動摩擦係数が1.0を越え  
ると化粧料への配合量に制約が出てくるので好ましく  
ない。動摩擦係数が0.5以下であれば感触に対する悪  
影響がなく、無機化合物微粒子の機能を十分に発揮する  
だけの量を化粧料、塗料等へ添加することができる。動  
摩擦係数を制御する要因としては、薄片状基質への担持  
法、更には、担持される無機化合物微粒子の形状、粒子  
径および担持量が挙げられる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 薄片状基質の表面に無機化合物微粒子が担持されてなり、動摩擦係数が1.0以下である薄片状微粉末。

【請求項2】 請求項1記載の無機化合物微粒子が、 $TiO_2$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $CeO_2$ 、 $ZnO$ 、 $SiO$ 、 $MgO$ 、 $Al_2O_3$ 、 $CaO$ 、 $ZrO_2$ 、および無機顔料から選ばれた1種または2種以上よりなる薄片状微粉末。

【請求項3】 請求項1または請求項2記載の薄片状微粉末が配合されてなる化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、雲母等の薄片状基質の表面に、無機化合物微粒子を担持させた薄片状微粉末に関し、更に詳しくは、紫外線遮蔽、脱臭、着色、赤外線遮蔽、吸湿、吸油等の機能を持つ無機化合物微粒子を薄片状基質の表面に担持させてなる薄片状微粉末に関する。また、本発明は前記薄片状微粉末を配合した化粧料に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】化粧料には着色、紫外線遮蔽性の付与等を目的として、種々の無機化合物粒子が配合されている。その一例を挙げると、酸化チタン、酸化鉄を始めとする着色顔料、微粒子酸化チタン、微粒子酸化亜鉛などの紫外線遮蔽剤、酸化マグネシウム、炭酸カルシウム等の脱臭剤などがある。これらの粒子の粒子径は、0.1  $\mu m$ 以下の超微粒子状のものから1  $\mu m$ 以上の粒子まで様々であり、その形状も球状から不定形のものまで多岐にわたっている。

【0003】これらの無機化合物粒子は、一般的に、その粒子径および形状に起因した配合時の分散困難性および感触への悪影響という問題を有している。例えば、粒子径0.05  $\mu m$ の酸化チタン微粒子を紫外線遮蔽剤として使用する場合、微粒子自体が一次粒子の凝集体として存在するために、特に、パウダー系の化粧料に使用するには化粧料中に均一に分散させることが困難であり、その紫外線遮蔽効果を十分に発揮させることができない。同様に、酸化鉄系の顔料も分散性が悪く、色むら等の問題を有しており、これらを解消するための分散工程に多大のエネルギーを要している。また、感触については、例えば、白色顔料として使用されている酸化チタンは非常に感触が悪く、化粧料としての伸展性の悪さ、重質感等の問題がある。

【0004】特開昭62-187770号公報には、雲母の表面に真珠光沢感および隠蔽力が実質上発現しない厚さに微粒子酸化チタンを被覆してなる紫外線遮蔽顔料が開示されている。当該公報に開示された薄片状物質は、基質となる雲母等の板状物の存在下で硫酸チタンあるいは四塩化チタンを加水分解し、該板状物表面に二酸化チタン水和物を析出させ、次いで800℃前後の温

度で焼成することにより該雲母の表面に二酸化チタン粒子を被覆したものであり、その被覆状態は二酸化チタン水和物の焼成によるアナターゼまたはルチル型の結晶構造を有する二酸化チタンが基質の板状物の表面に強固に固着したものである。この場合、800℃もの高温で焼成すると二酸化チタン粒子が焼結し、薄片状物質同士が固着するため、化粧料に配合した場合の伸展性が悪く、感触も劣る。

【0005】また、特開平1-272668号公報には、適度な白色度や光沢度を得ることを目的として、薄片状基質の表面に平均粒子径0.1~0.5  $\mu m$ の水和酸化チタンを付着させた後、さらに平均粒子径0.1  $\mu m$ 未満の水和酸化チタンを付着させた薄片状体質顔料と、これを焼成して酸化チタンとした薄片状体質顔料が開示されている。当該酸化チタンも基質の表面に強固に固着しているため、基質の表面は凹凸状をしており、薄片状顔料同士が擦れ合ったときに摩擦が大きくなり、結果として伸展性の低下を引き起こす。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記したような従来の無機化合物微粒子または薄片状物質の持つ問題を解決するものであり、各種の無機化合物微粒子を薄片状基質に担持させることにより、化粧料などに配合した場合に良好な感触を示すと共に均一に分散させることが容易な薄片状微粉末を提供することを目的とするものである。また、本発明は感触性に優れ、前記薄片状微粉末が配合された化粧料を提供することを目的とするものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の薄片状微粉末は、薄片状基質の表面に無機化合物微粒子が担持されてなり、動摩擦係数が1.0以下であることを特徴とする。前記無機化合物微粒子は、 $TiO_2$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $CeO_2$ 、 $ZnO$ 、 $SiO$ 、 $MgO$ 、 $Al_2O_3$ 、 $CaO$ 、 $ZrO_2$ 、および無機顔料から選ばれた1種または2種以上よりなることが好ましい。

【0008】本発明の化粧料は前記薄片状微粉末が配合されてなることを特徴とする。

## 【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係る薄片状微粉末および化粧料の実施形態を詳述する。

## 【0010】A. 薄片状微粉末

本発明において、薄片状基質としては薄片状または鱗片状のものであれば特に制限はなく、一般的には、白雲母、黒雲母、セリサイトなどの天然の雲母群、合成雲母、タルク、板状シリカ、板状チタニアまたはガラス薄片などの薄片状物質が使用される。薄片状基質の厚さは、その用途によって適宜の厚さのものをを用いることができるが、通常は、約1  $\mu m$ 以下のものが多用される。

【0011】担持させる無機化合物微粒子は、その目的

に応じて種々のものを選択する。例えば、紫外線遮蔽を目的とする場合には、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 、更には $\text{SiO}_2$ 等、紫外線遮蔽能を有するものであれば全て使用することができる。無機化合物微粒子は、これらの複合微粒子であってもよいし、2種以上の無機化合物微粒子を薄片状基質に同時に担持させてもよい。脱臭を目的とする場合には、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 等やその他の塩基性化合物の無機化合物微粒子が使用できる。着色を目的とする場合には、ベンガラ、黒色酸化鉄、黄酸化鉄等の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、系化合物、白色顔料としての $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 、紺青、群青、酸化クロム、その他の無機着色顔料および有機着色顔料を $\text{SiO}_2$ 等で処理し顔料粒子表面が無機化合物の性質を帯びたものも使用できる。赤外線遮蔽を目的とする場合、 $\text{ZrO}_2$ 等の赤外線吸収能のある無機化合物微粒子を使用できる。

【0012】薄片状基質に無機化合物微粒子を担持させる方法には特別の制限はない。例えば、有機溶媒および/または水からなる分散媒に、該薄片状基質と該無機化合物微粒子を分散させ、その両者間の静電氣的相互作用を利用して該薄片状基質の表面に該無機化合物微粒子を担持させる方法などが挙げられる。本発明において担持とは、静電氣的な力により無機化合物微粒子が薄片状基質の表面に付着している状態をいう。従って、その付着力は、前記従来技術に示した無機化合物微粒子被覆薄片状物質における無機化合物微粒子の付着力よりも弱く、摩擦などの外的な力により容易に薄片状基質の表面を移動したり脱落する。

【0013】以下、本発明における無機化合物微粒子の担持方法について詳述する。分散媒としては、アルコール、グリコール、エステル、ケトンまたは芳香族系溶剤などの有機溶媒あるいは水を、単独で、またはこれらを組み合わせて用いることができる。

【0014】担持操作として、具体的には次の3つの方法を挙げることができる。

(1) 無機化合物微粒子が分散した分散媒中に基質を添加し、混合攪拌する。

(2) 基質が分散した分散媒中に無機化合物微粒子を添加し、混合攪拌する。

(3) 無機化合物微粒子と基質を同時に、または、別々に分散媒中に加えて、混合攪拌する。

このとき用いる無機化合物微粒子は、基質に担持させる前に湿式粉碎などの方法で凝集物を解砕しておくことが好ましい。

【0015】薄片状基質と無機化合物微粒子を混合して両者が共存する分散液は、その誘電率( $\epsilon$ )が、

$$1.5 \leq \epsilon \leq 8.0$$

の範囲にあって、しかも、分散液中のカチオンとアニオンの合計イオン濃度(N)が次の範囲にあることが好ましい。

①  $\epsilon = 1.5$  のとき、 $200 \text{ ppm} \leq N \leq 5 \times 10^4 \text{ ppm}$

②  $\epsilon = 8.0$  のとき、 $3 \times 10^4 \text{ ppm} \leq N \leq 2 \times 10^5 \text{ ppm}$

③  $1.5 < \epsilon < 8.0$  のとき、誘電率( $\epsilon$ )[-]をX軸、イオン濃度(N) [ppm]をY軸にとって表した(X、Y)座標において、A(15、200)、B(15、 $5 \times 10^4$ )、C(80、 $2 \times 10^5$ )およびD(80、 $3 \times 10^4$ )によって形成される四辺形の領域内

【0016】図1は、この領域を図示したものである。この領域内にあれば、無機化合物微粒子が分散液中で薄片状基質に付着し、その表面をほぼ単層に被覆する。分散液のイオン濃度をこの範囲に調整する方法としては、例えば、脱イオンあるいはアルカリなどのイオンを添加する方法により行う。

【0017】なお、無機化合物微粒子と基質とが混合された分散液中の固形分濃度は、攪拌などの操作に支障のない範囲であれば格別の制限はないが、70重量%以下であることが好ましい。上記担持操作の後、分散質を濾過、洗浄および乾燥すれば、基質の表面が無機化合物微粒子で被覆された薄片状微粉末を得ることができる。

【0018】本発明の薄片状微粉末は動摩擦係数が1.0以下であることが必要である。動摩擦係数が1.0を越えると化粧料への配合量に制約が出てくるので好ましくない。動摩擦係数が0.5以下であれば感触に対する悪影響がなく、前記無機化合物微粒子の機能を十分に発揮するだけの量を化粧料、塗料等へ添加することができるので、特に好ましい。

【0019】一般に、動摩擦係数( $\mu$ )とは、1つの物体が他の物体の平面上を滑るときに、その接触面に平行な1つの物体の動きと反対方向に働く摩擦力(ズリ応力、剪断応力、接線応力ともいう。F)と、1つの物体を垂直に押しつけている力(垂直荷重、P)との比をいい、数1で表される。

【0020】

【数1】  $\mu = F/P$

【0021】本発明では、図2に示す装置を用いて動摩擦係数の測定を行った。同図において、符号10は測定用試料を載せる試料台、符号11は測定用試料を付着させた両面接着テープ、符号12は荷重用シリンダー、符号13はシリンダー12の下端部に設けられた鏡面仕上げしたステンレス鋼製のズリ面であり、その断面積は1 $\text{cm}^2$ である。また、符号14はズリ応力測定用のセンサーである。

【0022】動摩擦係数の測定方法は次の通りである。

(1) 先ず、両面接着テープ11の片面に測定用試料である薄片状微粉末を付着させる。このとき試料の微粒子が均一になるように、柔らかい刷毛等を用いる。このテープ11の微粉末を付着させてない面を試料台10の上に張り付けて固定する。

(2) ズリ面13を試料に接触させ、シリンダー12に所定の垂直荷重をかける。この状態で試料台10を30

cm/分の速度で移動させ、そのときに生じるズリ応力(F)をセンサー14で測定する。

【0023】(3) 垂直荷重は50、100、150、200(g/cm<sup>2</sup>)と変えて、それぞれのズリ応力を測定し、垂直荷重(P)を横軸に、ズリ応力(F)を縦軸としてプロットしたときの直線の勾配をその試料の動摩擦係数( $\mu$ )とした。

ある任意の垂直荷重におけるズリ応力を測定すれば摩擦係数は求められるが、本発明では精度向上のために数点の垂直荷重におけるズリ応力を測定してグラフを作成することにより摩擦係数を求めた。

【0024】本発明において、薄片状微粉末の動摩擦係数を制御する要因としては、薄片状基質への担持法、更には、担持される無機化合物微粒子の形状、粒子径および担持量が挙げられる。本発明において無機化合物微粒子は基質の表面に基質との静電気力により付着しているため、当該薄片状微粉末の表面を擦ると少なくとも一部の無機化合物微粒子が剥がれて基質上を転がる。その結果、摩擦係数が小さくなり、無機化合物微粒子の剥がれる量によって動摩擦係数を制御することができる。また、無機化合物微粒子の形状は球状であることが好ましい。その形状が球状以外の形状の場合には、粒子径または担持量によって動摩擦係数を制御することが可能である。

【0025】球状無機化合物の場合その粒子径に特に制限はないが、転がり感を出す意味では0.03 $\mu$ m以上であることが好ましく、動摩擦係数を1.0以下にするためには粒子径は5 $\mu$ m以下、好ましくは3 $\mu$ m以下であることが望ましい。また、薄片状基質に無機化合物微粒子を均一に分散させるためには、無機化合物微粒子の粒子径分布はできるだけ狭いことが好ましい。無機化合物微粒子の形状が球以外の場合は、動摩擦係数を1.0以下にするためにはその粒子径は0.01~0.5 $\mu$ m、好ましくは0.05~0.2 $\mu$ mの範囲であることが望ましい。

【0026】薄片状基質に無機化合物微粒子を均一に分散させるためには、その担持量は基質表面に無機化合物微粒子の単層が形成される量が好ましい。薄片状基質の形状、サイズ、および無機化合物微粒子の形状、粒子径によって、担持量は自由に設定できるが、一般的に球状無機化合物微粒子の場合、担持量は得られる薄片状微粉末に対し、1~70重量%、好ましくは10~50重量%である。無機化合物微粒子の形状が球以外の場合、動摩擦係数を1.0以下にするためにはその担持量は5~40重量%であることが望ましい。

#### 【0027】B. 化粧料

本発明に係る化粧料には、前記薄片状微粉末が配合される。薄片状微粉末の配合量は、化粧料全量に対して1~80重量%であることが好ましい。配合量が1重量%未満の場合には、薄片状微粉末に担持された無機化合物微

粒子の機能が十分発揮されないし、80重量%以上の場合には色目、艶といった化粧料の品位を保持することができない。化粧料中に無機化合物微粒子などを配合する場合、これらの微粒子の機能を十分に発現させるためには化粧料中に均一に分散させることが必要である。この場合、基質に担持すべき無機化合物微粒子をこれに担持せずに直接配合しようとする、粒子径が小さくなればなる程、粒子同士が凝集し、均一な配合が困難となる。しかし、本発明では無機化合物微粒子が基質の表面に担持されているので、微粒子の凝集が起らず、均一な分散、配合が可能となる。

【0028】本発明の化粧料には、通常化粧料に配合される各種の成分、例えば、高級脂肪酸アルコール、高級脂肪酸、エステル油、パラフィン油、ワックス等の油分、エチルアルコール、プロピレングリコール、ソルビトール、グルコース等のアルコール類、ムコ多糖類、コラーゲン類、PCA塩、乳酸塩等の保湿剤、ノニオン系、カチオン系、アニオン系、両性の各種界面活性剤、アラビアガム、キサンタンガム、ポリビニルピロリドン、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、カルボキシビニルポリマー、変成または未変成の粘土鉱物等の増粘剤、酢酸エチル、アセトン、トルエン等の溶剤、無機顔染料および有機の顔染料、BHT、トコフェロール等の酸化防止剤、水、薬剤、紫外線吸収剤、有機酸または無機酸の塩からなるpH緩衝剤、キレート化剤、防腐剤、香料等の1種または2種以上が含まれる。更に、本発明に係る化粧料は、必要に応じて、シリカ、タルク、カオリン、マイカ等の無機充填剤、各種有機樹脂の1種または2種以上を含んでいてもよい。

【0029】本発明の化粧料を製造する際には、通常これらの成分が直接混合されるが、前記薄片状微粉末を、有機樹脂あるいはケイ素化合物などで表面を処理した後、他の成分と混合してもよい。本発明の化粧料は、粉末状、ケーキ状、ペンシル状、スティック状、液状、乳液状、クリーム状などの各種形態で用いられる。

#### 【0030】

【実施例】以下に実施例を示し、本発明を更に具体的に説明する。

#### 【0031】A. 薄片状微粉末の調製

##### 実施例1

平均粒子径0.06 $\mu$ mのTiO<sub>2</sub>微粒子を20重量%含有するモノエチレングリコールを分散媒とするオルガノゾル300gと、エタノール750gとを混合した。この混合液に厚さ0.3 $\mu$ m、アスペクト比100の天然雲母140gを添加し、常温でよく混合攪拌した。更に、15%アンモニア水を加えてpH9以上に調整して、TiO<sub>2</sub>微粒子を天然雲母の表面に付着させた。

【0032】この分散液の誘電率は25.5、イオン濃度は830ppmであった。本発明の実施例を通じて、分散液の誘電率( $\epsilon$ )(25℃)は、誘電損失がないと

して、分散液の屈折率 $n$ を測定することにより、次の数2より求めた。

【0033】

【数2】 $\varepsilon = n^2$

【0034】なお、屈折率計はATAGO Co., Ltd. model RX-1000を用いて、25℃で測定した。また、分散液のイオン濃度(N)は、分散液50mlを、3000rpmで30分間遠心分離機にかけ、その上澄液を採取して測定した。アンモニウムイオンはケルダール蒸留法により、ナトリウムイオン、カルシウムイオン、アルミニウムイオンなどのカチオンは原子吸光分析(偏光ゼーマン原子吸光光度計、日立180-80)により、塩素イオン、硫酸イオン、硝酸イオンなどのアニオンはイオンクロマトグラフィー(DIONEX製、2010i)により測定した。

【0035】次いで、この分散液を濾過、洗浄後、110℃で乾燥して、TiO<sub>2</sub>微粒子で表面が被覆された薄片状微粉末を得た。これを電子写真顕微鏡で観察したところ、天然雲母の表面にTiO<sub>2</sub>微粒子が均一に付着しているのが観察された。この薄片状微粉末の動摩擦係数を測定したところ、0.23であり良好な感触および伸展性を示した。

【0036】実施例2

TiO<sub>2</sub>微粒子の平均粒子径が0.5μmである以外は、実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。この分散液の誘電率は25.5、イオン濃度は850ppmであった。また、動摩擦係数は0.32であり、良好な感触および伸展性が得られた。

【0037】実施例3

天然雲母の添加量を60gにした以外は、実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。この分散液の誘電率は25.5、イオン濃度は830ppmであった。また、動摩擦係数は0.42であり、良好な感触および伸展性が得られた。

【0038】実施例4

天然雲母を厚さ0.5μm、アスペクト比40のタルクに代えた以外は実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。この分散液の誘電率は25.5、イオン濃度は820ppmであった。また、動摩擦係数は0.39であり、良好な感触および伸展性が得られた。

【0039】実施例5

無機化合物微粒子が平均粒子径0.1μmのZnOである以外は、実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。この分散液の誘電率は25.5、イオン濃度は920ppmであった。また、動摩擦係数は0.35であり、良好な感触および伸展性が得られた。

【0040】実施例6

平均粒子径0.4μmのMgO微粒子を30重量%含有する1,3-ブチレングリコールを溶媒とする分散液100gとイソプロパノール220gの混合液を調製し

た。これに実施例1で使用した天然雲母を120g添加し、混合攪拌した。この分散液の誘電率は24.3、イオン濃度は920ppmであった。次いで、この分散液を濾過後、110℃で乾燥して、薄片状微粉末を得た。これを電子写真顕微鏡で観察したところ天然雲母の表面にMgO微粒子が均一に付着しているのが観察された。この薄片状微粉末の動摩擦係数を測定したところ、0.40であり良好な感触であった。

【0041】実施例7

赤色顔料として使用される平均粒子径0.5μmのFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>微粒子を使用する以外は、実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。この分散液の誘電率は24.3、イオン濃度は920ppmであった。また、動摩擦係数は0.33であり、良好な感触であった。

【0042】実施例8

実施例1においてエタノールの代わりに水を加え、28%アンモニア水を加えてpH12.5にした以外は、実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。この分散液の誘電率は61.0、イオン濃度は12050ppmであった。また、動摩擦係数は0.30であり、良好な感触であった。

【0043】比較例1

天然雲母の添加量を20gにした以外は実施例1と同様な方法で薄片状微粉末を得た。これを電子写真顕微鏡で観察したところ、薄片状基質の表面に付着したTiO<sub>2</sub>微粒子以外に、TiO<sub>2</sub>微粒子同士の凝集物と見られる粒子が存在していた。この薄片状微粉末の動摩擦係数を測定したところ1.15であり、ザラついた感触であった。

【0044】B.化粧料の調製

実施例9

実施例1で得たTiO<sub>2</sub>微粒子で表面が被覆された薄片状微粉末を、表1に示す原料に配合してケーキ型ファンデーションを調製した。

【0045】

【表1】

薄片状微粉末	30.0重量%
タルク	30.0 "
セリサイト	10.0 "
酸化チタン顔料	10.0 "
酸化鉄顔料(赤)	0.8 "
酸化鉄顔料(黄)	2.5 "
酸化鉄顔料(黒)	0.2 "
ソルビタン脂肪酸エステル	2.5 "
ステアリルアルコール	6.0 "
ラノリン	5.0 "
流動パラフィン	2.0 "
トリエタノールアミン	1.0 "
香料	適量

【0046】上記ファンデーションを皮膚に塗布したと

ころ、伸展性が良好で、軽い感触であった。また、下記の方法で測定したSPF (Sun Protection Factor) の値は20であり、TiO<sub>2</sub>微粒子による紫外線遮蔽効果が効果的に発揮されていることがわかる。SPFの測定方法は、OPTOMETRICS 社製のSPFアナライザーを使用した。

#### 【0047】実施例10

実施例3で得られた薄片状微粉末を表2に示す原料に配合して、乳液状ファンデーションを調製した。

#### 【0048】

#### 【表2】

薄片状微粉末	15.0重量%
純水	58.6 "
トリエタノールアミン	1.1 "
パラオキシ安息香酸メチル	適量
カルボキシメチルセルロース	0.2重量%
ベントナイト	0.5 "
ステアリン酸	2.4 "
モノステアリン酸プロピレングリコール	2.0 "
セトステアリルアルコール	0.2 "
流動パラフィン	3.0 "
液状ラノリン	2.0 "
ミリスチン酸イソプロピル	8.5 "
パラオキシ安息香酸プロピル	適量
酸化チタン顔料	3.5重量%
タルク	3.0 "
香料	適量
着色顔料	適量

【0049】上記ファンデーションを皮膚に塗ったところ、良好な感触であった。また、実施例9と同様にSPF

#### 【0050】比較例2

実施例9における薄片状微粉末中のTiO<sub>2</sub>量と同量になるように、実施例1で得られた薄片状微粉末の代わりに平均粒子径0.08μmの超微粒子酸化チタン9重量%と、天然雲母21重量%とを加えた以外は実施例9と\*

\*同様な方法でケーキ型ファンデーションを調製した。このケーキ型ファンデーションを皮膚に塗布したところ、ザラツキ感があり、伸展性も悪かった。また、SPFは3.1であった。

#### 【0051】比較例3

実施例10における薄片状微粉末中のTiO<sub>2</sub>量と同量になるように、実施例3で得られた薄片状微粉末の代わりに平均粒子径0.08μmの超微粒子酸化チタン7.5重量%と、天然雲母7.5重量%とを加えた以外は実施例10と同様な方法で乳液状ファンデーションを調製した。このファンデーションを皮膚に塗布したところ重い感触であった。また、SPFは7.1であった。

#### 【0052】

【発明の効果】本発明の薄片状微粉末は、薄片状基質の表面に各種機能を有する無機化合物微粒子を担持したものであり、該無機化合物微粒子は基質の表面に強固に固着しているのではなく、弱い静電力的な力で付着している。従って、摩擦などの外的な力が加わると容易に表面から剥がれ、摩擦力が低下する。その結果、このような動摩擦係数の小さい薄片状微粉末を化粧料などに配合すれば感触性に優れた化粧料を得ることができる。また、本発明の薄片状微粉末を化粧料などに配合する場合、配合量の制限を受けることなく均一に分散させることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

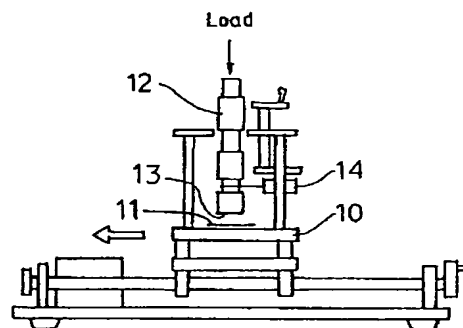
【図1】薄片状基質に無機化合物微粒子を担持する際の分散液の好ましい領域を図示したグラフである。

【図2】本発明で使用した動摩擦係数の測定装置の概要正面図である。

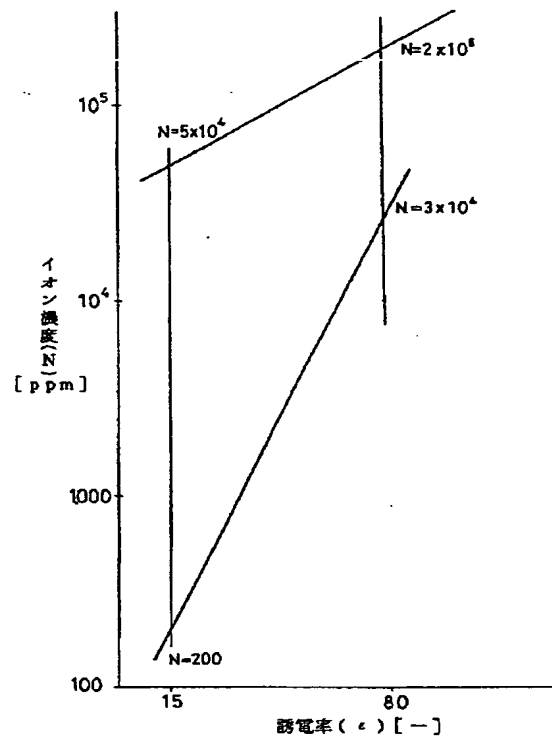
#### 【符号の説明】

- 10 試料台
- 11 両面接着テープ
- 12 荷重用シリンダー
- 13 ズリ面
- 14 センサー

【図2】



【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 木下 財  
 福岡県北九州市若松区北湊町13-2 触媒  
 化成工業株式会社若松工場内



## 拒絶理由通知書

特許出願の番号 特願2000-508621  
起案日 平成16年 6月 8日  
特許庁審査官 大工原 大二 9343 4G00  
特許出願人代理人 浅村 皓(外 3名) 様  
適用条文 第29条第2項

16.8.10

この出願は、次の理由によって拒絶をすべきものである。これについて意見があれば、この通知書の発送の日から60日以内に意見書を提出して下さい。

## 理 由

この出願の下記の請求項に係る発明は、その出願前日本国内又は外国において頒布された下記 of 刊行物に記載された発明に基いて、その出願前にその発明の属する技術の分野における通常の知識を有する者が容易に発明をすることができたものであるから、特許法第29条第2項の規定により特許を受けることができない。

記 (引用文献等については引用文献等一覧参照)

- ・請求項1, 15, 16
- ・引用文献等1, 2
- ・備考

下記引用文献1にはセラミック殻の内部に球状空間を有してなるセラミック造粒体において、該セラミック殻がチタニア等のセラミック粉末からなる旨記載されている。さらに引用文献1には該セラミック造粒体は化粧料等に用いられることが記載されている。

(下記引用文献1第19頁第8-16行、第25頁第8-15行、第29頁第1行-第30頁第11行、図面等参照)

セラミック粉末として、薄片状酸化チタン粉末は周知であり(必要であれば引用文献2【0010】等参照)、引用文献1発明のセラミックス粉末に該周知の薄片状酸化チタン粒子を用いることは当業者が容易に想到し得ることである。

## 引 用 文 献 等 一 覧

1. 国際公開第97/30952号パンフレット
2. 特開平9-132514号公報

この拒絶理由通知書中で指摘した請求項以外の請求項に係る発明については、現時点では、拒絶の理由を発見しない。拒絶の理由が新たに発見された場合には拒絶の理由が通知される。

先行技術文献調査結果の記録

- ・ 調査した分野      I P C 第 7 版   B 0 1 J 2 / 0 0  
                            D B 名
- ・ 先行技術文献    特開平 6 - 1 4 2 4 9 1 号公報  
                            JOURNAL OF SOLID STATE CHEMISTRY, 1 9 8 0 年, Vol132, } 全て入手済  
                            p289-296  
                            特開平 9 - 6 7 1 2 4 号公報  
                            特開昭 6 1 - 1 6 1 2 1 2 号公報

この先行技術文献調査結果の記録は、拒絶理由を構成するものではない。